



(19)

11171528 A

(11) Publication number:

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: 10241193

(51) Intl. Cl.: C01B 33/107

(22) Application date: 27.08.98

(30) Priority: 27.08.9730.03.98 USUS 97
5770498 50141

(43) Date of application
publication: 29.06.99

(84) Designated contracting
states:

(71) Applicant: DOW CORNING CORP

(72) Inventor: BOUDJOUK PHILIP RAYMOND
KIM BEON-KYU
REMYNGTON MICHAEL P
CHAUHAN BHANU

(74) Representative:

(54)

TETRADECACHLOROCYCLOHEXASILANE-
DIANION-CONTAINING COMPOUND

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a compd. for vapor deposition of an amorphous silicon film by bringing a metallic hydride reducing agent into contact with a tetradecachlorocyclohexasilane.dianion-contg. compd. obtd. by bringing a reagent compsn. comprising a tert. polyamine into contact with trichlorosilane.

SOLUTION: Trichlorosilane is reacted with a reagent compsn. comprising a tert. polyamine such as N,N,N',N',N'',N'''-pentaethyldiethylenetriamine(pedeta) in a molar ratio of (0.1:1) to (10:1) in a solvent such as dichloromethane, crystallization is carried out at \leq room temp. and a solvent such as pentane is added to deposit a tetradecachlorocyclohexasilane.dianion-

contg. compd. represented by the formula $[\text{pedeta}.\text{SiH}_2\text{Cl}-1]_2$ $[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}-2]$. This compd. is reacted with a metallic hydride reducing agent such as AlH_4 in an org. solvent at -110 to $+150^\circ\text{C}$ to obtain cyclohexasilane. It is reacted with a Grignard reagent to obtain dodecaorganocyclohexasilane.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-171528

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月29日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 1 B 33/107

識別記号

F I

C 0 1 B 33/107

Z

審査請求 未請求 請求項の数16 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平10-241193

(22) 出願日 平成10年(1998) 8月27日

(31) 優先権主張番号 60/057704

(32) 優先日 1997年8月27日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(31) 優先権主張番号 09/050141

(32) 優先日 1998年3月30日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 590001418

ダウ・コーニング・コーポレーション

DOW CORNING CORPORA
TION

アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド
(番地なし)

(72) 発明者 フィリップ レイモンド ボードジョウク

アメリカ合衆国ノース ダコタ州58102

ファーゴ エヌ 17 ストリート 2114

(74) 代理人 弁護士 ウォーレン・ジー・シミオール

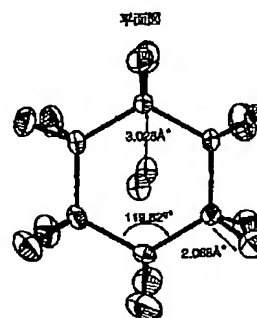
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物

(57) 【要約】 (修正有)

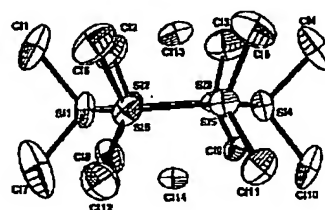
【課題】 テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物の提供、及びその化合物のトリクロロシランのアミン促進カップリング反応による製造法の提供。

【解決手段】 テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物は、トリクロロシランに第三級ボリアミンから成る試薬組成物を接触させることによって製造される。化合物 $[\text{ペデタ} \cdot \text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}]_2 [\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ (ペデタはN、N、N'-N'-N'-ペンタエチルジエチレントリアミンである) は、トリクロロシランとペデタを接触させることによって製造される。化合物 $[\text{Ph}_4\text{P}^{+1}]_2 [\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ は、トリクロロシランとN、N、N'-N'-テトラエチルエチレンジアミンと塩化トリフェニルホスホニウムの混合物と接触させることによって製造される。



* = 平均値

側面図



【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A)トリクロロシランに第三級ボリアミンから成る試薬組成物を接触させる工程；及び(B)

テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物を回収する工程；から成ることを特徴とする、テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物の製造法。

【請求項2】 前記トリクロロシランに第三級ボリアミンから成る試薬組成物を接触させる工程が、有機溶媒の共存下で行われる請求項1記載の方法。

【請求項3】 前記有機溶媒が、クロロホルム、ジクロロメタン及び1、2-ジクロロエタンから成る群から選択される請求項2記載の方法。

【請求項4】 前記有機溶媒が、トリクロロシランと試薬組成物との合計体積の1～10倍である請求項2記載の方法。

【請求項5】 前記トリクロロシランに第三級ボリアミンから成る試薬組成物を接触させる工程が、0～120℃の温度で行われる請求項2記載の方法。

【請求項6】 前記テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物を回収する工程が、該化合物の晶出又は析出をさせる溶媒を添加することによって行われる請求項2記載の方法。

【請求項7】 前記化合物の晶出有機溶媒が、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン又はノナンである請求項6記載の方法。

【請求項8】 前記試薬組成物がN、N、N'、N''、N'''-ペンタエチルジエチレントリアミンから成り、前記テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物が式 $[\text{ベダタ} \cdot \text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}]_2 [\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ (ベダタはN、N、N'、N''、N'''-ペンタエチルジエチレントリアミンである)を有する請求項1記載の方法。

【請求項9】 トリクロロシラン：N、N、N'、N''、N'''-ペンタエチルジエチレントリアミンのモル比が0：1～10：1である請求項8記載の方法。

【請求項10】 前記試薬組成物がN、N、N、N'、N'-ペンテトラエチルエチレンジアミンとテトラフェニルホスホニウム・クロリドの混合物から成り、前記テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物が式 $[\text{Ph}_4\text{P}^{+1}]_2 [\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ を有する請求項1記載の方法。

【請求項11】 トリクロロシランと、N、N、N'、N''、N'''-ペンテトラエチルエチレンジアミンとテトラフェニルホスホニウム・クロリドとのモル比が20：20：1～1：1：1である請求項10記載の方法。

【請求項12】 テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物に金属水素化物還元剤を接触させる工程から成るシクロヘキサシランの製造法。

【請求項13】 前記テトラデカクロロシクロヘキサシ

ラン・ジアニオン含有化合物が式 $[\text{X}^{+1}]_2 [\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ (式中のXはベダタ・ SiH_2Cl 又は Ph_4P であり、ベダタはN、N、N'、N''、N'''-ペンタエチルジエチレントリアミンである)を有する請求項12記載の方法。

【請求項14】 前記金属水素化物還元剤が、水素化リチウムアルミニウム又は水素化ジイソブチルアルミニウムである請求項12記載の方法。

【請求項15】 前記テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物に、式 RMgX (式中のRはアルキル又はアリールであり、Xはクロロ、プロモ又はヨードである)を有する試薬を接触させる工程から成るドデカオルガノシクロヘキサシランの製造法。

【請求項16】 前記テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物が式 $[\text{X}^{+1}]_2 [\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ (式中のXはベダタ・ SiH_2Cl 又は Ph_4P である)を有し、ベダタはN、N、N'、N''、N'''-ペンタエチルジエチレントリアミンである請求項15記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、テトラデカクロロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物、及びトリクロロシランのアミン促進カップリング反応による該化合物の製造法に関する。また、本発明は、シクロヘキサシラン及びドデカオルガノシクロヘキサシランの製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】ハロシランのウルツ型カップリングがポリシランへの有用な合成ルートを与えることは、技術的に周知である。例えば、線状ポリシランはジクロロオルガノシランのアルカリ金属還元カップリングによって製造され、分枝ポリシランはトリクロロオルガノシランの還元カップリングによって製造される。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、シランのアミン促進カップリング反応の限定された数のみしか知られていない。これらの反応は、一般にポリシランの製造には有用でない。例えば、Kaczmarczykらは、反応条件に依存して、トリメチルアミンの共存下で六塩化二ケイ素の不均化をしてヘキサシリコン・テトラデカクロリド(J. Amer. Chem. Soc. 82, 751, 1960)又はペンタシリコン・トデカクロリド(J. Inorg. Nucl. Chem. 17, 186-188, 1961)の生成法を開示している。Wiberらは、ヘキサシリコン・テトラデカクロリドの製造のためにKaczmarczykらによって記載された反応条件を改良して、六塩化二ケイ素をトリメチルアミンでの処理によるペンタシリコン・トデカクロリドの合成を教示している。(Anew. Chem. In

t. Ed., 1, No. 9, 517, 1962). 我々は、テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物を生成するトリクロロシランのアミン促進カップリング反応を発見した。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物、及びその製造法に関する。該方法は、(A)トリクロロシランに第三級ボリアミンから成る試薬組成物を接触させる工程；及び(B)テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物を回収する工程から成る。

【0005】本発明は、さらにテトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物に金属水素化物還元剤を接触させる工程から成るシクロヘキサシランの製造法に関する。

【0006】また、本製造法は、Henggeらによって報告されている従来の方法にくらべて少ない工程で無定形シリコン膜の蒸着に有用な化合物であるシクロヘキサシランを生成する(Angew. Chem. Int. Ed. 16, No. 6, 403, 1997)。その上、シクロヘキサシランを製造する我々の方法は、従来の合成法におけるドデカフェニルシクロヘキサシラン中間体の単離に伴う困難を排除する。

【0007】さらに、本発明は、テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物に、式 $RMgX$ （式中のRはアルキル又はアリールであり、Xはクロロ、ブromo又はヨードである）を有する試薬を接触させる工程から成るドデカオルガノシクロヘキサシランの製造法に関する。

【0008】本願における用語「ペデタ(pedet a)」はN、N、N'、N'、N'、N'-ペンタエチルジエントリアミンを表わし、用語「テーダ(tee da)」はN、N、N、N'、N'-テトラエチルエチレンジアミンを表わす。

【0009】本発明の化合物は、テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する。その化合物における対イオンは、テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンと安定な塩を形成するカチオンにすることができる。そのテトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物は、式 $[X^{+1}]_2[Si_6Cl_{14}^{-2}]$ （式中のXはペデタ・ SiH_2Cl 又は Ph_4P であり、ペデタは前記定義の通りである）をもつことが望ましい。

【0010】本発明の化合物は、トリクロロシランに第三級ボリアミンから成る試薬組成物を接触させ、次にテトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物を回収することによって製造される。その第三級ボリアミンは、少なくとも2つの第三級窒素原子、望ましくは2又は3つの第三級窒素原子を含有する。適

当な第三級ボリアミンは、エチレンジアミン及びジエントリアミンの窒素置換誘導体（置換基は炭素原子数が1～4のアルキル又はアリールである）を含む。

【0011】本発明の好適実施態様におけるトリクロロシランはペデタと接触される、式 $[Pedet \cdot SiH_2Cl^{+1}]_2[Si_6Cl_{14}^{-2}]$ を有するその化合物は次にその混合物から回収される。別の好適実施態様におけるトリクロロシランはテーダと塩化トリフェニルホスホニウムとの混合物と接触される、式 $[Ph_4P^{+1}]_2[Si_6Cl_{14}^{-2}]$ を有するその化合物は次にその混合物から回収される。

【0012】そのトリクロロシランは、クロロシラント別の反応物とを接触させるのに適当な標準反応器内で試薬組成物と接触される。その反応器は、例えば、連続攪拌バッチ式反応器、半バッチ式反応器、又は連続式反応器である。本法は、実質的に無水条件下で行うことが望ましい。これは、反応器に窒素やアルゴンのような乾燥不活性ガスをバージして、反応器にかかるガスのブランケットを維持することによって容易にできる。

【0013】テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物は希釈剤の不在下で調製されるが、トリクロロシランに試薬組成物を接触させる工程は有機溶媒の共存下で行うのが望ましい。テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを生成するトリクロロシランのカップリング反応を妨げない有機溶媒又は有機溶媒の混合体が適当である。有機溶媒はクロロホルム、ジクロロメタン及び1、2-ジクロロエタンのような塩素化炭化水素が望ましいが、ジクロロメタンがさらに望ましい。存在時の有機溶媒の体積は、典型的にトリクロロシランと試薬組成物の合計体積の0.01～100倍、望ましくは1～10倍である。

【0014】トリクロロシランは、典型的に試薬組成物と0～120℃の温度で接触させる。高圧か又は還流条件下高沸点溶媒中ではさらに高温にできる。トリクロロシランは試薬組成物と15～30℃の温度で接触させることが望ましい。

【0015】トリクロロシランと試薬組成物とのモル比は広範囲に及ぶ。望ましい化合物、 $[Pedet \cdot SiH_2Cl^{+1}]_2[Si_6Cl_{14}^{-2}]$ の調製におけるトリクロロシランとペデタとのモル比は、普通0.1:1～10:1、望ましくは2:1～4:1である。好適な化合物 $[Ph_4P^{+1}]_2[Si_6Cl_{14}^{-2}]$ の調製におけるトリクロロシランとテーダと Ph_4PCl とのモル比は普通は20:20:1～1:1:1、望ましくは10:7:1～2:2:1である。

【0016】テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物は、結晶化又は析出によって反応混合物から回収する。例えば、テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物の回収は、化合物の結晶化をさせる十分な量の有機溶媒を添加することによ

って行う。結晶化は室温以下、例えば、 -20°C で生じる。また、テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物は、化合物の析出をさせる十分な量の有機溶媒を添加することによって回収される。反応混合物からテトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物の結晶化をさせ、かつ回収される化合物と反応しない有機溶媒または該溶媒の混合体が本法に有用である。適当な有機溶媒の例は、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン及びノナンのような炭化水素；またはジエチルエーテル及びテトラヒドロフランのようなエーテルを含む。本発明の化合物の結晶化または析出をさせるのに使用される有機溶媒はペンタン、ヘキサン・ヘプタン、オクタン又はノナンが望ましいが、ペンタンがより望ましい。

【0017】テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンはその後クロロヘキサシランに化学還元される。この還元反応は、有機溶媒中、 $-110\sim 150^{\circ}\text{C}$ の温度でテトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン含有化合物を金属水素化物還元剤と接触させることによって行われる。テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物は、式 $[\text{X}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ （式中のXは前記定義の通りである）をもつことが望ましい。また、還元剤は水素化リチウムアルミニウム又は水素化ジイソブチルアルミニウムが望ましい。

【0018】テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンは、グリニャール試薬と接触させてトデカオルガノシクロヘキサシランを形成させることもできる。グリニャール試薬は、式 RMgX （式中のRはアルキル又はアリールであり、Xはクロロ、ブロモ又はヨードである）で表される。適当なR基はメチル、エチル、プロピル、イソブチル及びペンチルである。テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物は、式 $[\text{X}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ （式中のXは前記定義の通りである）をもつことが望ましい。テトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオンを含有する化合物とグリニャール試薬との反応は、クロロシランとグリニャール試薬を反応させる既知の標準法で便利に行われる。

【0019】

【実施例】反応は全て乾燥窒素のブランケット下のガラスフラスコ内で行った。トリクロロシランは使用前に蒸留した。N、N、N'、N'、N'-ペンタエチルジエチレントリアミン（ベダタ）は窒素雰囲気下でナトリウム金属から蒸留した。N、N、N'、N'-テトラエチルエチレンジアミン（テータ）は、 CaH_2 上で還流し、次に窒素雰囲気下で蒸留した。ジクロロメタンは、使用前に窒素雰囲気下で P_2O_5 から蒸留した。材料は、注射器によってゴム隔膜を通してフラスコに添加した。

【0020】実施例1

この実施例は、「ベダタ・ $\text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}$ 」 $_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ の調製を示す。ベダタ（4.0g；16mmol）のジクロロメタン（50ml）透明無色溶液にトリクロロシラン（5.52g；41.0mmol）を乾燥窒素ガスの雰囲気下で添加した。添加時に反応容器の内容物が少し温まった。室温で24時間攪拌後、その反応混合物にオレフィンを含まない乾燥ヘキサン（10ml）を添加した。その混合物は室温で3日間放置した、その時間中に白色の結晶が溶液から析出した。窒素雰囲気下のろ過によって結晶（1.8g，1.4mmol）を単離した。その反応は、 ^1H NMRで測定して出発材料の95%以上の転化率で進行した。IR（KBr） 2202cm^{-1} ；mp $102\sim 103^{\circ}\text{C}$ ；「ベダタ・ $\text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}$ 」 $_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ の計算した元素分析値C，26.22；H，5.50；N，6.55；実測値：C，26.20；H，5.47；N，6.49。

【0021】元素分析、赤外分光及びX-線分析は、これらの結晶が式「ベダタ・ $\text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}$ 」 $_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ をもつ塩であることを確認した。その塩は、2つの同一カチオン部（Si原子がベダタからの3つの窒素原子に六配位される）、2つの水素原子及び1つの塩素原子から成る。その2つの水素原子は、軸位置を占め、4つの赤道位置が3つの窒素原子と塩素原子によって占められている。その塩のジアニオン部において、6つのケイ素原子が平らな六員環を形成する。14個の塩素原子は2種類から成り：6個のSi原子の各々に対して結合した12個の等塩素原子の組と、六員環の六重軸に配置された2つの塩素原子の組から成る。 $\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}$ の構造は図1に示す。1オングストロムの化学国際単位転換は0.1nmである。

【0022】図1は、X-回折法によって測定したテトラデカクロシクロヘキサシラン・ジアニオン $\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}$ の分子構造を示す。

【0023】実施例2

この実施例は、「 Ph_4P^{+1} 」 $_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ の調製を示す。テータ（3.4g；20mmol）と塩化テトラフェニルホスホニウム（5.0g，13mmol）のジクロロメタン（50ml）の透明無色溶液にトリクロロシラン（5.4g；39mmol）を乾燥窒素ガスの雰囲気下で添加した。添加時に反応容器の内容物が少し温まった。室温で24時間攪拌後、その反応混合物にオレフィンを含まない乾燥ヘキサン（10ml）を添加した。その混合物は室温で3日間放置した、その時間中に白色の結晶が溶液から析出した。窒素雰囲気下のろ過によって結晶（0.7g，0.52mmol）を単離した。その反応は、 ^1H NMRで測定したが、出発材料の95%以上の転化率で進行した。元素分析、赤外分光及びX-線分析は、これらの結晶が式「P

$\text{h}_4\text{P}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ をもつ塩であることを確認した。IR (KBr) $3110, \text{cm}^{-1}$; mp (分解) 250°C ; $[\text{Ph}_4\text{P}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ の計算した元素分析値: C, 42.91; H, 3.00; 実測値: C, 43.89; H, 3.20。

【0024】実施例3

この実施例は、 $[\text{ベダタ} \cdot \text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ と水素化リチウムアルミニウムからシクロヘキサシランの調製を示す。 $[\text{ベダタ} \cdot \text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ (7.31g, 5.74mmol)と水素化リチウムアルミニウム (1.08g, 28.5mmol)の混合物を電磁攪拌バーを含む乾燥、窒素充てん、丸底フラスコに入れた。ドライジエチルエーテル (115mL)を添加して、生成したスラリーを3時間攪拌した、その間に反応は ^1H NMRで測定したように完了した。反応の間中、 SiH_4 はガスとして生成し、水酸化カリウム脱ガス水溶液に捕捉された。その溶液は塩からデカントし、冷却し、ろ過して残留塩類を除去した。これらの操作は不活性ガス雰囲気下で行った。 ^1H NMR分光法による溶液の分析により、シクロヘキサシランが主Si含有生成物として80%以上の算出収率で生成することが解った。 ^1H NMR (270MHz , C_6D_6) δ 3.35, ^{29}Si NMR (C_6D_6) δ -106.96; $J_{\text{Si}-\text{H}}=195\text{Hz}$ 。

【0025】実施例4

この実施例は、 $[\text{ベダタ} \cdot \text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ と水素化ジイソブチルアルミニウムからシクロヘキサシランの調製を示す。 $[\text{ベダタ} \cdot \text{SiH}_2$

$\text{Cl}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ (0.57g, 0.44mmol)とベンゼン (20mL)の溶液を電磁攪拌バーを含む乾燥、窒素充てん、丸底フラスコに入れた。水素化ジイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (1.0M溶液の7.12mL, 7.12mmol)を添加した。 ^1H NMR分光法により測定したところ、90%以上の収率でシクロヘキサシランが生成された。 ^1H NMR (270MHz , C_6D_6) δ 3.33, ^{29}Si NMR (C_6D_6) δ -107.55; $J_{\text{Si}-\text{H}}=200\text{Hz}$ 。

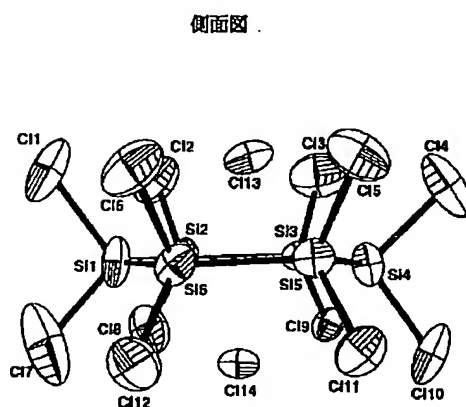
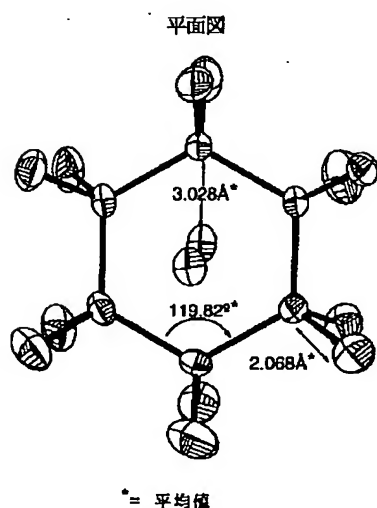
【0026】実施例5

この実施例は、 $[\text{ベダタ} \cdot \text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ からドデカメチルシクロヘキサシランの調製を示す。テトラヒドロフラン (15mL)と $[\text{ベダタ} \cdot \text{SiH}_2\text{Cl}^{+1}]_2[\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}]$ (1.0g, 0.78mmol)を電磁攪拌バーを含む乾燥、窒素充てん、丸底フラスコに入れた。この混合物に、臭化メチルマグネシウム (12.4mmol)を添加した。室温24時間攪拌後、反応混合物を加水分解させて、ヘキサンとエーテルで抽出した。混合抽出物を減圧下で濃縮した。残留物を高真空下で1晩排気して、ドデカメチルシクロヘキサシランを得た (0.23g, 0.66mmol, 85%収率)。 ^1H NMR (270MHz , C_6D_6) δ 0.22, ^{13}C NMR (C_6D_6) δ -6.15; ^{29}Si NMR (C_6D_6) δ -41.73。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、X-回折法によって測定したテトラデカロシクロヘキサシラン・ジアニオン $\text{Si}_6\text{Cl}_{14}^{-2}$ の分子構造を示す。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 ビオン キュ キム
アメリカ合衆国ノース ダコタ州58102
ファーゴ ユニバーシティ ビレッジ ビ
ー コート 92

(72)発明者 ミッチェル ペリー レミントン
アメリカ合衆国ノース ダコタ州58104
ファーゴ アプト 205 36 アベニュー
エスダブリュ 2551

(72)発明者 バヌ チャウハン
アメリカ合衆国ノース ダコタ州58102
ファーゴ ユニバーサル ビレッジ シー
コート 185